

УДК 539.3: 534.1:620.17

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЯЗКОУПРУГИХ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ ЭЛАСТОМЕРОВ НА ОСНОВЕ НАНОДИНАМИЧЕСКОГО ИНДЕНТИРОВАНИЯ

© 2025 г. Ю. Ю. Маховская<sup>a,\*</sup>, А. В. Морозов<sup>a,\*\*</sup>, К. С. Кравчук<sup>b,\*\*\*</sup>

<sup>a</sup>Институт проблем механики им. А.Ю. Ишлинского РАН, Москва, Россия

<sup>b</sup>НИЦ “Курчатовский институт” — ТИСНУМ, Троицк, Россия

\*E-mail: makhovskaya@mail.ru, \*\*e-mail: morozovalexei@mail.ru,

\*\*\*e-mail: kskrav@gmail.com

Поступила в редакцию 03.09.2024 г.

После доработки 13.09.2024 г.

Принята к публикации 14.09.2024 г.

Предложен теоретико-экспериментальный метод для определения механических свойств поверхностных слоев высокоэластичных материалов по результатам их динамического индентирования на малые глубины (наноДМА). В основу метода положено приближенное решение контактной задачи о нагружении осциллирующей нормальной нагрузкой жесткого шарика, контактирующего с деформируемым образцом, который моделируется линейным вязкоупругим полупространством с ядром релаксации в виде суммы экспоненциальных членов. Метод позволяет определять наборы параметров, задающих функции релаксации и ползучести материала во временном интервале, соответствующем диапазону экспериментальных частот, а также динамические модули накопления и потерь для каждой частоты. Продемонстрировано использование метода на примере исследования изменения механических свойств поверхностных слоев для двух типов морозостойких резин (на основе бутадиен-нитрильного и изопренового каучуков) в зависимости от степени износа их поверхностей. Установлено, что изнашивание поверхностей исследованных резин приводит к увеличению жесткости поверхностных слоев и снижению их релаксационных свойств; эти изменения более выражены для резины на основе бутадиен-нитрильного каучука, чем для резины на основе изопренового каучука.

*Ключевые слова:* наноДМА, резина, циклическое индентирование, спектр релаксации, экспоненциальное ядро релаксации, экспоненциальное ядро ползучести, вязкоупругость

DOI: 10.31857/S1026351925010065, EDN: TAGANX

**1. Введение.** Наличие работающих методов определения механических свойств материалов является необходимым условием как при изготовлении современных материалов, так и при моделировании их поведения

в механических системах. Для высокоэластичных материалов методы определения механических свойств можно разделить по характеру приложения нагрузки при испытании на статические и динамические. Статические и квазистатические методы применимы в случаях, когда предполагаемая частота нагружения материала намного меньше первой резонансной частоты. Динамические методы применяются при больших частотах деформирования материала и зачастую исследуют конкретный тип возмущения. В настоящее время для определения вязкоупругих свойств материалов широко используются метод динамического механического анализа (ДМА), а для его реализации необходимо изготавливать образцы с заданной геометрией из объема высокоэластичного материала. Для стандартизованного ДМА теста не представляется возможным изготавливать образцы толщиной в сотни микрометров из приповерхностного слоя высокоэластичного материала, в котором в процессе трения и износа происходят изменения его физических свойств [1].

При этом определение вязкоупругих свойств именно поверхностных слоев материалов имеет большую значимость для анализа и предсказания трибологических процессов в важных технических приложениях, таких как работающие с трением высокоэластичные уплотнения. Методика индентирования на малые глубины (наноДМА) обеспечивает деформацию материала на глубину, на которой происходит циклическая деформация тела поверхностными выступами шероховатого контртела при трении. Поэтому вязкоупругие свойства материала, полученные в результате такого эксперимента, могут использоваться для оценки гистерезисных потерь в материале при его деформировании выступами контртела в процессе трения [2].

Метод определения вязкоупругих свойств материала с помощью циклического индентирования был предложен в работе [3] для наноиндентора фирмы Nano Instruments, США и в [4] для наноиндентора фирмы Hysitron (сегодня Bruker), США. В общем виде расчетные формулы этого метода представлены в [5] для инденторов осесимметричной формы (сферического и конического), а также для случая пирамиды. В основе этого метода лежит математическая модель, использующая достаточно грубое упрощение, в котором не рассматривается контактная задача о взаимодействии индентора с поверхностью деформируемого тела, а используется известное соотношение Снеддона, связывающее нагрузку и внедрение в упругом осесимметричном контакте, с заменой модуля упругости на комплексный динамический модуль [6]. Этот метод широко используется для расчета модулей накопления и потерь исследуемых материалов. В частности, он положен в основу модели для обработки результатов циклического индентирования на атомно-силовом микроскопе [7, 8], при этом вместо формулы Снеддона используются соотношения для адгезионного осесимметричного упругого контакта — ДКР и ДМТ. Уточненные соотношения для расчета частотных зависимостей модулей накопления и потерь представлены в работах [9, 10] для сферического и конического инденторов; они более точно учитывают геометрию контакта.

Однако, знания частотных зависимостей динамических модулей накопления и потерь недостаточно, когда речь идет о моделировании трения высокоэластичных материалов. Для расчета деформационной (гистерезисной)

составляющей силы трения необходимо знать параметры модели, описывающей вязкоупругие свойства материала, а именно, функции релаксации или запаздывания материала [2]. Получение этих параметров из результатов контактных нанодинамических испытаний требует решения контактной задачи для циклического внедрения индентора в образец, что представляет сложность из-за меняющейся в процессе взаимодействия области контакта. Упрощенное решение контактной задачи положено в основу модели для расчета спектра времен релаксации в [11]. Решение контактных задач в точной постановке для вязкоупругого полупространства с неизвестным размером области контакта связано с численным интегрированием [12,13], результаты которого не очень удобны для анализа экспериментальных данных.

Целью работы является разработка метода определения, по результатам наноДМА испытаний, механических характеристик поверхностных слоев материала, которые необходимы для моделирования контактного взаимодействия и трения эластомеров (параметров ядер релаксации/запаздывания и мгновенного модуля упругости), а также расчет и анализ этих параметров на примере двух типов морозостойких резин (на основе бутадиен-нитрильного и изопренового каучуков) в зависимости от степени износа их поверхностей. Предлагаемый метод основан на приближенном решении контактной задачи о циклическом индентировании для линейного вязкоупругого полупространства, а также на использовании приборов российской разработки и оригинальной экспериментальной методики.

**2. Постановка задачи.** Схема контакта при испытании наноДМА представлена на рис. 1. Жесткий сферический индентор (1) радиуса  $R$  внедряется в поверхность деформируемого образца (2) на малую глубину под действием нормальной нагрузки, зависящей от времени  $t$  по гармоническому закону:

$$P(t) = P_0 + P_s \sin \omega t. \quad (2.1)$$

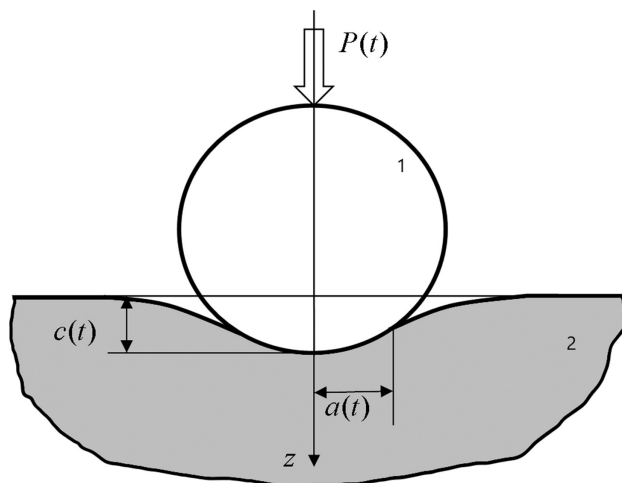


Рис. 1. Схема контактирования в процессе наноДМА испытания.

Ось  $z$  цилиндрической системы координат направлена вертикально вниз вглубь образца, плоскость  $(r, \theta)$  совпадает с его недеформированной поверхностью. Задача рассматривается в осесимметричной постановке.

Для перемещения  $w(r, t)$  границы образца вдоль оси  $z$  выполняется условие контактирования:

$$w(r, t) = c(t) - \frac{r^2}{2R}, \quad r \leq a(t), \quad (2.2)$$

где  $a$  и  $c$  — зависящие от времени радиус области контакта и внедрение шарика при  $r=0$ , соответственно. Предполагается, что в условиях установившихся колебаний гармоническая нагрузка (2.1) вызывает гармонический отклик по внедрению с той же частотой  $\omega$ , но со сдвигом фазы  $\delta$ :

$$c(t) = c_0 + c_s \sin(\omega t - \delta). \quad (2.3)$$

Образец моделируется изотропным вязкоупругим полупространством, описываемым линейной временной зависимостью между напряжениями и деформациями, которая для случая одноосной деформации имеет вид [14]:

$$\sigma(t) = E_1 \left[ \varepsilon(t) - \int_{-\infty}^t \varepsilon(\tau) \Gamma(t - \tau) d\tau \right], \quad \Gamma(t) = \sum_{i=1}^N B_i e^{-\frac{t}{T_i}}, \quad (2.4)$$

где  $E_1$  — мгновенный модуль упругости,  $\Gamma(t)$  — экспоненциальное ядро релаксации, определяемое набором величин  $B_i, T_i$  ( $i = 1 \dots N$ ). Обратная зависимость напряжений от деформаций может быть выражена через ядро ползучести  $K(t)$ :

$$\varepsilon(t) = \frac{1}{E_1} \left[ \sigma(t) + \int_{-\infty}^t \sigma(\tau) K(t - \tau) d\tau \right], \quad K(t) = \sum_{i=1}^N k_i e^{-\frac{t}{\mu_i}}, \quad (2.5)$$

где  $k_i, \mu_i$  — характеристики ядра ползучести ( $i = 1 \dots N$ ).

Если бы нагружаемое полупространство было идеально упругим, то при отсутствии трения между индентором и полупространством, связь нормального перемещения  $w$  с нормальным давлением  $p$  на границе определялась бы соотношением для осесимметричного нагружения [15]:

$$w(r) = \frac{4}{\pi E^*} \int_0^\infty K \left( \frac{2\sqrt{rr'}}{r + r'} \right) \frac{p(r') r' dr'}{r + r'},$$

где  $\mathbf{K}(x)$  — полный эллиптический интеграл первого рода,  $E^* = E/(1 - \nu^2)$  — приведенный длительный модуль упругости. В случае вязкоупругого полупространства с независимым от времени коэффициентом Пуассона  $\nu$ , на основании соотношения (2.4) и принципа соответствия [14, 16], нормальное перемещение поверхности определяется выражением:

$$w(r, t) = \frac{4}{\pi E_1^*} \int_0^\infty K \left( \frac{2\sqrt{rr'}}{r + r'} \right) \left( p(r', t) + \int_{-\infty}^t p(r', \tau) \sum_{i=1}^N K_i e^{-\frac{t-\tau}{\mu_i}} d\tau \right) \frac{r' dr'}{r + r'}, \quad (2.6)$$

где  $E_1^* = E_1/(1 - \nu^2)$  – приведенный мгновенный модуль упругости. При этом внешняя нагрузка будет определяться условием равновесия:

$$P(t) = 2\pi \int_0^{\infty} rp(r, t) dr. \quad (2.7)$$

Необходимо решить обратную задачу – по заданным параметрам гармонического контактного нагружения (2.1) и отклика (2.3) определить характеристики материала – приведенный мгновенный модуль упругости  $E_1^*$  и характеристики ядер релаксации  $B_i$ ,  $T_i$  и ползучести  $k_i$ ,  $\mu_i$  ( $i = 1..N$ ).

**3. Вывод основных соотношений.** Сначала необходимо построить решение контактной задачи для вязкоупругого полупространства (2.6) с учетом условий (2.1)–(2.3) и (2.7). Введем функции [15, 17]:

$$q(x, t) = -2 \int_x^{\infty} \frac{rp(r, t)}{\sqrt{r^2 - x^2}} dr, \quad u(x, t) = \frac{\partial}{\partial x} \int_0^x \frac{rw(r, t)}{\sqrt{x^2 - r^2}} dr. \quad (3.1)$$

Соотношения (3.1) определяют преобразование типа Абеля, которое приводит уравнение (2.6) к виду, аналогичному (2.4) [18, 19]:

$$q(x, t) = E_1^* \left[ u(x, t) - \int_{-\infty}^t u(x, \tau) \sum_{i=1}^N B_i e^{-\frac{t-\tau}{T_i}} d\tau \right]. \quad (3.2)$$

При этом условие контакта (2.2) с учетом (2.3) преобразуется к виду:

$$u(x, t) = c_0 + c_s \sin(\omega t - \delta) - \frac{x^2}{R}, \quad x \leq a(t). \quad (3.3)$$

Уравнение (3.2) можно рассматривать как задающее связь между погонной силой  $q$  и перемещением  $u$  на границе одномерного вязкоупругого основания, а (3.3) – как условие циклического внедрения в это основание штампа, форма которого описывается функцией  $x^2/R$ . Представляя функцию  $q$  и величину  $E_1^*$  в виде сумм:

$$q(x, t) = \sum_{i=1}^N q_i(x, t), \quad E_1^* = \sum_{i=1}^N E_{1i}^*,$$

дифференцируя уравнение (3.2) по времени  $t$  и вводя величины  $\alpha_i$ , так что:

$$B_i = \left( 1 - \frac{1}{\alpha_i} \right) \frac{E_{1i}}{E_1^* T_i}, \quad \alpha_i > 1, \quad i = 1..N, \quad (3.4)$$

можно получить для функций  $u$  и  $q_i$  систему дифференциальных уравнений:

$$u + \alpha_i T_i \frac{\partial u}{\partial t} = \frac{\alpha_i}{E_{1i}} \left( q_i + T_i \frac{\partial q_i}{\partial t} \right), \quad i = 1..N, \quad q = \sum_{i=1}^N q_i. \quad (3.5)$$

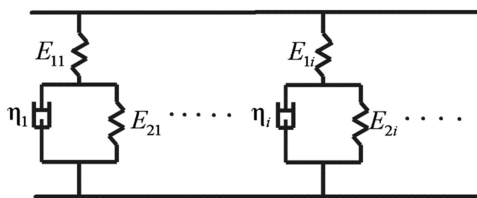


Рис. 2. Схема параллельно соединенных элементов, иллюстрирующая модель материала в дифференциальной форме (3.5).

Система (3.5) по форме совпадает с системой уравнений, описывающих деформационные свойства линейного одномерного вязкоупругого основания. Такое основание может быть представлено в виде набора  $N$  параллельно соединенных элементов Кельвина–Фойгта из двух пружин и вязкого цилиндра с поршнем (рис. 2), где для  $i$ -го элемента жесткость пружин равна  $E_{1i}$  и  $E_{2i} = E_{1i}/(\alpha_i - 1)$ , а вязкость  $\eta_i = \alpha_i T_i E_{2i}$ . Каждый элемент характеризуется временем релаксации  $T_i$  и запаздывания  $\alpha_i T_i$ , а также мгновенным  $E_{1i}$  и длительным  $\alpha_i E_{1i}$  модулями упругости. В дальнейшем предполагается, что отношение времен запаздывания и релаксации постоянно для материала:  $\alpha_i = \alpha$ ,  $i = 1 \dots N$ .

Подстановка условия контакта (3.3) в систему дифференциальных уравнений (3.5) и отбрасывание затухающих членов позволяет получить следующее решение для установившихся колебаний:

$$q(x, t) = E^* \left( c_0 - \frac{x^2}{R} \right) + E' c_s \sin(\omega t - \delta) + E'' c_s \cos(\omega t - \delta), \quad (3.6)$$

с введенными обозначениями

$$E' = \sum_{i=1}^N E_i \frac{\alpha T_i^2 \omega^2 + 1}{T_i^2 \omega^2 + 1}, \quad E'' = \sum_{i=1}^N E_i \frac{\omega T_i (\alpha - 1)}{T_i^2 \omega^2 + 1}, \quad (3.7)$$

где  $E_i = E_{1i}/\alpha$ , а  $E^* = \sum_{i=1}^N E_i$  – приведенный длительный модуль упругости,  $E'$  и  $E''$  – модули накопления и потерь по [16], соответственно. Полученное распределение нормальных усилий  $q(x, t)$  (3.6) удовлетворяет уравнению в интегральной форме (3.2) только для точек поверхности, всегда остающихся в контакте со штампом, т.е. при  $x \leq a_{\min}$ , где  $a_{\min} \leq x(t) \leq a_{\max}$  – диапазон изменения радиуса области контакта в процессе циклического внедрения. Предполагая, что амплитуда внедрения много меньше его среднего значения,  $c_s \ll c_0$ , будем считать, что соотношение (3.6) приближенно выполняется во всей области контакта. Тогда из условия непрерывности усилий на границе  $q(a, t) = 0$  получим выражение для эволюции во времени радиуса области контакта:

$$a(t) = \sqrt{R c_0} \left( 1 + \frac{c_s}{c_0} H(t) \right)^{1/2}, \quad H(t) = \frac{1}{E^*} [E' \sin(\omega t - \delta) + E'' \cos(\omega t - \delta)]. \quad (3.8)$$

Контактное давление для трехмерного вязкоупругого основания определяется интегральным преобразованием, обратным преобразованию (3.1) [19]:

$$p(r, t) = -\frac{1}{\pi} \int_r^{a(t)} \frac{1}{\sqrt{x^2 - r^2}} \frac{\partial q(x, t)}{\partial x} dx. \quad (3.9)$$

Подставляя (3.6) с учетом (3.7) и (3.8) в (3.9), а полученный результат – в (2.7), имеем для эволюции нормальной силы соотношение:

$$P(t) = \frac{4E^*}{3R} \sqrt{Rc_0^3} \left( 1 + \frac{c_s}{c_0} H(t) \right)^{3/2}. \quad (3.10)$$

Чтобы из построенного приближенного решения контактной задачи получить соотношения для расчета характеристик материала, необходимо сравнить полученное выражение для силы (3.10) с заданным (2.1). Разложим выражение в скобках в (3.10) в ряд:

$$P(t) = \frac{4E^*}{3R} \sqrt{Rc_0^3} \left( 1 + \frac{3}{2} \frac{c_s}{c_0} H(t) + O\left(\frac{c_s^2}{c_0^2} H^2(t)\right) \right). \quad (3.11)$$

Функцию  $H(t)$  можно представить в виде:

$$H(t) = \left( \frac{E'}{E^*} \cos \delta + \frac{E''}{E^*} \sin \delta \right) \sin \omega t + \left( -\frac{E'}{E^*} \sin \delta + \frac{E''}{E^*} \cos \delta \right) \cos \omega t,$$

с учетом которого, сравнивая (3.11) с (2.1), заключаем, что коэффициент при  $\cos \omega t$  должен быть равен нулю, т.е.

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{E''}{E'} = \sum_{i=1}^N E_i \frac{\omega T_i (\alpha - 1)}{T_i^2 \omega^2 + 1} \bigg/ \sum_{i=1}^N E_i \frac{\alpha T_i^2 \omega^2 + 1}{T_i^2 \omega^2 + 1}, \quad (3.12)$$

а коэффициенты при  $\sin \omega t$  должны быть равны, т.е.:

$$P_s = 2\sqrt{Rc_0} \frac{c_s}{c_0} (E' \cos \delta + E'' \sin \delta),$$

откуда с учетом (3.12) следует:

$$E' = \frac{P_s \cos \delta}{2c_s \sqrt{Rc_0}}, \quad E'' = \frac{P_s \sin \delta}{2c_s \sqrt{Rc_0}}. \quad (3.13)$$

Соотношения (3.13) совпадают с выражениями для модулей накопления и потерь, полученными в [10]. Приравняв в выражениях (2.1) и (3.11) не зависящие от времени члены, получим выражение, совпадающее с формулой Герца:

$$P_0 = \frac{4}{3} E^* R^{1/2} c_0^{3/2}. \quad (3.14)$$

Полученные в этом разделе соотношения используются для обработки результатов наноДМА испытаний с целью определения вязкоупругих свойств поверхностных слоев образцов из резины.

**4. Эксперимент – материалы и методика трибоиспытаний.** Для экспериментальных исследований были выбраны два типа морозостойкой резины на основе изопренового (СКИ-3) и бутадиен-нитрильного (БНКС-18) каучуков. Резины вулканизировались в форме колец, которые имели высоту, равную 7 мм, а внутренний и внешний диаметр были равны 41 и 55 мм соответственно. Контртело представляло собой стальной диск из нержавеющей стали с шероховатостью поверхности по  $R_a = 0.02$  мкм.

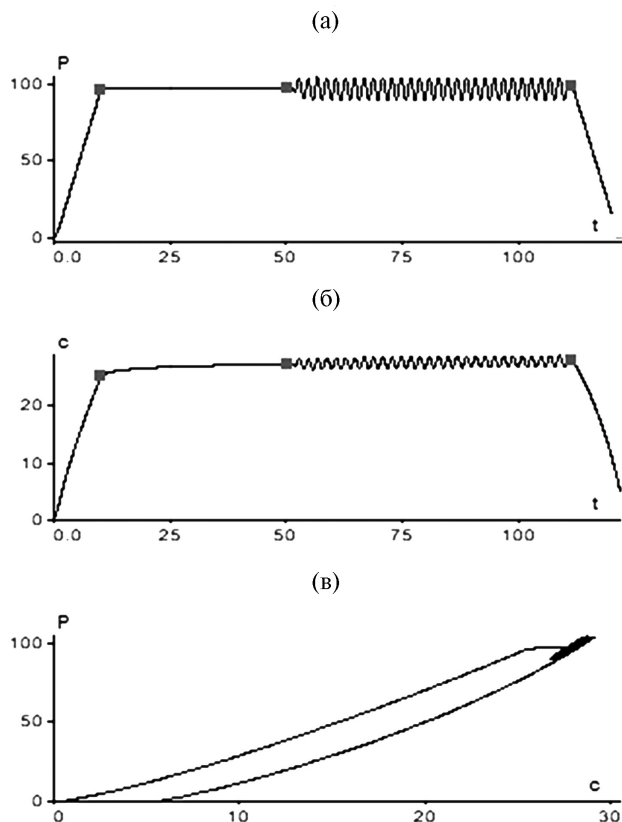
Для создания повреждений в приповерхностном слое резиновых образцов были проведены серии экспериментов на лабораторном трибометре по схеме контакта кольцо – диск. Принцип работы трибометра описан в работах [20, 21]. Испытания образцов осуществлялись при комнатной температуре ( $T = 23 \pm 3$  °С), относительной влажности воздуха 45–65% и постоянной нагрузке, равной 422.2 Н, что соответствует номинальному давлению  $P = 0.4$  МПа. В процессе единичного эксперимента осуществлялось вращение стального диска относительно прижатого к нему неподвижного резинового образца на  $\frac{1}{4}$  оборота (путь трения 37.7 мм) с установленной постоянной скоростью скольжения  $V$ . Скорость скольжения варьировалась в диапазоне от 0,1 до 100 мм/с и принимала следующие значения: 1; 3.981; 12.589; 31.623; 50.119; 79.433 и 100 мм/с. Путь трения образца определяется на основе данных о величине угла поворота контртела, значения которого определяются аппаратными средствами прибора с точностью 0,0005 оборота (0.18°). Следует отметить, что каждый тип резиновых образцов был испытан при двух путях трения равных  $S_{тр} \approx 4$  и 20 км (точно 3956 и 19 792 м), что соответствует двум уровням (малому и большому) повреждений в приповерхностных слоях испытуемых образцов.

**5. Оборудование для наноДМА тестов. 5.1. Оборудование.** Для проведения наноДМА испытаний был использован компактный твердомер “НаноСкан-4D” (разработка ФГБНУ ТИСНУМ, Россия), измерительный модуль которого представляет собой жесткий стержень (шток) с наконечником на мягком подвесе. Приложение силы и перемещение наконечника обеспечивается магнитным актюатором, перемещение наконечника контролируется емкостным датчиком. Конструкция прибора позволяет задавать силу (нагрузку на образец) с точностью порядка 100 мкН в диапазоне до 3.5 Н. Перемещение измеряется с точностью порядка 3 нм в диапазоне до 200 мкм.

Держатель образца представляет собой механический зажим на корпусе прибора. Образец прижимается рабочей поверхности к измерительному модулю, так что расстояние от наконечника до поверхности образца составляет несколько десятков микронетров.

Измерительный модуль с образцом висит на упругом силиконовом подвесе, закрепленном на штативе. Штатив с измерительным модулем устанавливается на поддон с металлическими пружинами внутри кобуха из вспененного полиуретана. Силиконовый подвес и металлические пружины служат гашению внешних вибраций. Вспененный полиуретан служит уменьшению





**Рис. 3.** Типичные зависимости нагрузки  $P$  [мН] (а) и перемещения  $c$  [мкм] (б) от времени  $t$  [с] в процессе наноДМА испытания, а также диаграмма прикладываемой нагрузки (в) с учетом процессов предварительного нагружения и разгрузки испытуемого материала (БНКС-18).

температурного дрейфа образца и модуля. Источником шума при проведении измерений могут служить провода, соединяющие измерительный модуль и управляющую электронику снаружи камеры. Для уменьшения передачи вибраций через провода, они так же крепятся на мягкий подвес без натяжения.

**5.2. Методика наноДМА теста.** В качестве наконечника (индентора) используется керамический шарик ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) диаметром 4 мм с шероховатостью поверхности по  $R_a \leq 0.02$  мкм.

Перед проведением испытания на образце для устранения эффекта Патрикеева—Маллинза проводится индентирование поверхности с максимальной частотой равной 30 Гц и нагрузкой на индентор равной 100 мН в течение 60 с. Поверхность образца “релаксирует” 20 с, и проводится повторное индентирование.

Схема испытания следующая: проводится квазистатическое нагружение до 100 мН за 10 с, в режиме поддержания постоянной нагрузки индентор

выстаивается 40 с, далее включается режим осциллирующего движения индентора с амплитудой 10 мН на 60 с и проводится разгрузка за 10 с. Испытания проводятся последовательно на 6 частотах: 0.1; 0.2; 0.5; 1; 6; 30 Гц.

Испытания проводятся при комнатной температуре ( $T = 23 \pm 3$  °С). На рис. 3 приведены типичные временные диаграммы проводимых испытаний (образец БНКС-18 после истирания (частота 0.5 Гц)).

**6. Метод расчета механических характеристик.** Экспериментальные данные, полученные в результате наноДМА испытаний, представляют собой набор частот  $f_j$  ( $j = 1 \dots n, n = 6$ ) и соответствующих каждой частоте средних  $c_{0j}$  и амплитудных  $c_{sj}$  глубин внедрения шарика, а также сдвига фазы  $\delta_j$  между колебаниями нагрузки и внедрения. Известными величинами, постоянными для всех образцов и не зависящими от частоты, считаются радиус шарика  $R$ , а также среднее значение  $P_0$  и амплитуда  $P_s$  нормальной нагрузки, приложенной к индентору.

Принимая во внимание выражения (3.7) для модулей накопления и потерь и выражение (3.14) для приведенного длительного модуля упругости, можно рассчитать для каждой  $j$ -той частоты модули накопления  $E'_j$  и потерь  $E''_j$ , а также “длительный” модуль упругости :

$$E'_j = \frac{P_s \cos \delta_j}{2c_{sj} \sqrt{Rc_{0j}}}, \quad E''_j = \frac{P_s \sin \delta_j}{2c_{sj} \sqrt{Rc_{0j}}}, \quad E^* = \frac{3P_0}{4c_{0j}^{3/2} R^{1/2}}. \quad (6.1)$$

Учитывая (3.7), из соотношений (6.1) получим следующую систему уравнений ( $j = 1 \dots n$ ):

$$\sum_{i=1}^N E_i \frac{\alpha T_i^2 \omega_j^2 + 1}{T_i^2 \omega_j^2 + 1} = E'_j, \quad \sum_{i=1}^N E_i \frac{\omega_j T_i (\alpha - 1)}{T_i^2 \omega_j^2 + 1} = E''_j, \quad \sum_{i=1}^N E_i = E^* \quad (6.2)$$

где  $\omega_j = 2\pi f_j$  – циклическая частота колебаний. Система (6.2) состоит из  $2n + 1$  нелинейных уравнений относительно  $2N + 1$  неизвестных характеристик материала  $E_i, T_i, \alpha$  ( $i = 1 \dots n$ ). Одним из методов упрощения решения таких систем при обработке результатов ДМА испытаний является задание из некоторых соображений величин  $T_i, \alpha$  и  $E^*$ , тогда система (6.2) становится линейной относительно набора модулей  $E_i$  [22].

Рассмотрим случай, когда спектр релаксации состоит только из одного члена ( $N = 1$ ). Как правило, модели с одним временем релаксации недостаточно для описания свойств реальных эластомеров, однако ее можно использовать для определения характерных значений параметра  $\alpha_j$  и времен релаксации  $T_j$ , которым соответствуют полученные при каждой частоте  $\omega_j$  экспериментальные данные. В этом случае уравнения (6.2) с учетом (6.1) решаются аналитически и позволяют рассчитать  $T_j$  и  $\alpha_j$ :

$$T_j = \frac{1}{\omega_j} \sqrt{\frac{P_s^2 - F_j^2}{F^2 \alpha_j^2 - P_s^2}}, \quad (6.3)$$

$$\alpha_j = \frac{P_s}{F_j} \frac{P_s F_j \sin^2 \delta_j + (P_s^2 - F_j^2) \cos \delta_j}{P_s^2 \cos^2 \delta_j - F_j^2}, \quad (6.4)$$

где  $F_j = 2E_j^* \sqrt{Rc_{0j}c_{sj}}$ .

Определим параметр  $\alpha$  и величину длительного модуля упругости  $E^*$  как среднее по соответствующим величинам по  $j=1\dots n$ :

$$\alpha = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \alpha_j, \quad E^* = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n E_j^*. \quad (6.5)$$

Пусть набор времен релаксации определяется величинами  $T_j$ , рассчитанными согласно первому соотношению (6.3). Тогда уравнения (6.2) задают переопределенную систему линейных уравнений относительно модулей  $E_j$ , которая решается методом наименьших квадратов. После этого мгновенный модуль упругости определяется соотношением  $E_1^* = \alpha E^*$ , а безразмерные коэффициенты  $B_i$  ядра релаксации  $\Gamma(t)$  (2.4) рассчитываются по формуле (3.4).

После того, как определены параметры  $B_i, T_i$  ядра релаксации  $\Gamma(t)$  (2.4), можно рассчитать параметры  $k_i, \mu_i$  ядра ползучести  $K(t)$ , необходимые для описания материала определяющими соотношениями вида (2.5) или (2.6). Показано, что параметры экспоненциальных ядер ползучести  $K(t)$  и релаксации  $\Gamma(t)$  связаны соотношениями [14]:

$$1 + \sum_{i=1}^N \frac{k_i}{\mu_i^{-1} - T_s^{-1}} = 0, \quad 1 + \sum_{s=1}^N \frac{B_s}{\mu_i^{-1} - T_s^{-1}} = 0, \quad i, s = 1 \dots N, \quad (6.6)$$

которые представляют собой систему алгебраических уравнений для определения неизвестных параметров ядра ползучести  $k_i, \mu_i$  по параметрам ядра релаксации  $B_i, T_i$ . При  $N \leq 3$  эта система решается аналитически, при  $N \geq 4$  – численно.

Ниже кратко по шагам описан алгоритм определения вязкоупругих характеристик (мгновенного модуля упругости и ядер релаксации и ползучести) материала. Приведен пример пошагового расчета этих характеристик для одного образца – неповрежденной резины СКИ-3 до истирания (табл. 1 и 2). Здесь и далее в расчетах полагалось  $R = 2$  мм,  $P_0 = 100$  мН и  $P_s = 10$  мН, количество частот  $n = 6$ .

**Шаг 1.** Получение в результате наноДМА испытаний набора частот  $f_j$ , средних  $c_{0j}$  и амплитудных  $c_{sj}$  глубин внедрения шарика, а также сдвига фазы  $\delta_j$  (табл. 1).

**Шаг 2.** Расчет модулей накопления  $E_j'$  и потерь  $E_j''$ , а также “длительных” модулей упругости  $E_j^*$  по соотношениям (6.1) для каждой частоты  $f_j$  (табл. 1).

**Шаг 3.** Расчет характерных значений  $\alpha_j$  и времен релаксации  $T_j$  по соотношениям (6.3), (6.4) для каждой частоты  $f_j$  (табл. 1).

**Шаг 4.** По соотношениям (6.5) расчет параметра  $\alpha$  и длительного модуля упругости  $E^*$ , из которого мгновенный модуль определяется как  $E_1^* = \alpha E^*$  (табл. 2).

**Таблица 1.** Результаты шагов 1–3 определения вязкоупругих характеристик неповрежденного образца резины СКИ-3

##	шаг 1				шаг 2			шаг 3	
$j$	$f_j$ , Гц	$c_{0j}$ , нм	$2c_{sj}$ , нм	$\delta_j$ , рад	$E'_j$ , МПа	$E''_j$ , МПа	$E^*_j$ , МПа	$\alpha_j$	$T_j$ , с
1	0.1	53738	6160	0.050	4.95	0.25	4.26	1.18	4.404
2	0.2	52976	5943	0.048	5.16	0.25	4.35	1.20	2.626
3	0.5	53565	5829	0.060	5.23	0.31	4.28	1.25	0.971
4	1	53272	5785	0.072	5.28	0.38	4.31	1.26	0.403
5	6	53780	5385	0.158	5.59	0.89	4.25	1.46	0.040
6	30	53342	7259	0.155	4.17	0.95	4.31	1.06	0.001

**Шаг 5.** Численное решение методом наименьших квадратов переопределенной линейной системы (6.2) относительно набора модулей  $E_i$  ( $i = 1...N$ ). Основная трудность расчета — это появление в численном решении отрицательных модулей  $E_i$ , причиной чего является набор слишком близких друг к другу по величине времен релаксации  $T_j$  [22]. Методом численного эксперимента часть промежуточных времен релаксации удалялась из набора (с сохранением наибольшего и наименьшего из  $T_j$ ) до тех пор, пока все величины  $E_i$  в полученном решении не становились положительными. Например, для неповрежденного образца из резины СКИ-3 из первоначального набора  $T_j$ ,  $j = 1...N$  (табл. 1,  $n = 6$ ) оставлены три значения  $T_i$ ,  $i = 1...N$  (табл. 2,  $N = 3$ ). Пример набора времен релаксации  $T_i$  и соответствующих им величин  $E_{li} = \alpha E_i$ , полученных в результате численного решения системы (6.2) приведен в табл. 2. На этом же шаге рассчитываются коэффициенты  $B_i$  ядра релаксации по формуле (3.4).

**Шаг 6.** Расчет параметров  $k_i$ ,  $\alpha_i$  ядра ползучести в результате решения системы алгебраических уравнений (6.6). В примере, приведенном в табл. 2, имеем  $N = 3$ , поэтому система сводится к кубическому уравнению и решается аналитически.

**Таблица 2.** Результаты шагов 4–6 определения вязкоупругих характеристик неповрежденного образца резины СКИ-3

шаг 4		шаг 5				шаг 6	
$\alpha$	$E^*_1$ , МПа	$i$	$T_i$ , с	$B_i$	$E_{li}$ , МПа	$\mu_i$ , с	$k_i$
1.27	5.1	1	4.404	0.109	3.49	9.2346	0.1290
		2	0.403	0.164	0.48	0.4308	0.1515
		3	0.001	2.274	0.10	0.0059	2.2662

Следует отметить, что хотя искомыми величинами в расчете являются характеристики ядер релаксации  $B_i$ ,  $T_i$  и ползучести  $k_i$ ,  $\mu_i$  и приведенный мгновенный модуль упругости  $E^*_1$ , с практической точки зрения представляют

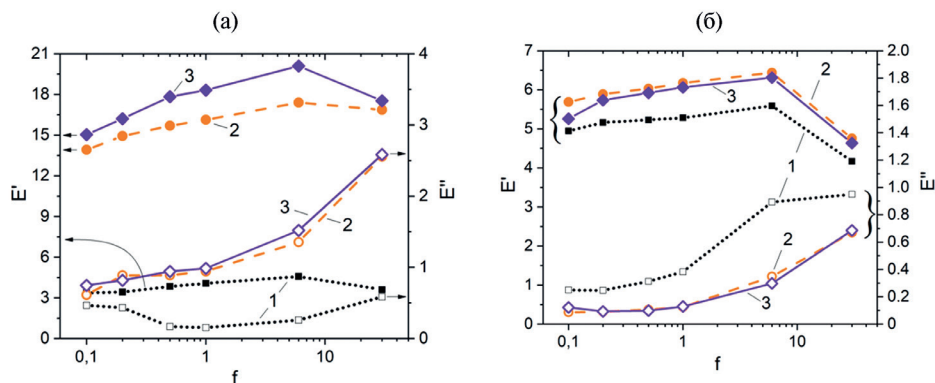


Рис. 4. Зависимость модулей накопления  $E'$  [МПа] и потерь  $E''$  [МПа] от частоты колебаний  $f$  [Гц] для БНКС-18 (а) и СКИ-3 (б), где 1 — неизношенная поверхность резины, 2 —  $S_{\text{тр}} = 4$  км и 3 —  $S_{\text{тр}} = 20$  км.

интерес и некоторые промежуточные результаты расчета. Так, зависимость модулей накопления  $E'_j$  и потерь  $E''_j$  от частоты колебаний  $\omega_j, j = 1 \dots n$  (табл. 1, шаг 2) широко используется для описания релаксационных свойств эластомеров [16]. А набор времен релаксации с соответствующими им модулями  $T_i, E_{1i}, i = 1 \dots N$  (табл. 2, шаг 5) и величиной  $\alpha$  (табл. 2, шаг 4), представляющей собой отношение времен запаздывания и релаксации, являются параметрами модели вязкоупругого основания в дифференциальной форме (3.5), которая в некоторых случаях бывает удобнее для использования при моделировании трения [2].

**7. Результаты.** Метод расчета вязкоупругих характеристик материала, описанный в п. 6, был применен к результатам наноДМА испытаний двух типов резин — неповрежденных и после двух уровней изнашивания. На рис. 4 представлены зависимости модулей накопления и потерь, рассчитанные по первым двум из соотношений (6.1), от частоты колебаний (результат шага 2 алгоритма расчета, описанного в п.6).

Результаты показывают, что подповерхностные повреждения, вызванные многоцикловой передеформацией материала в процессе трения, приводят к увеличению модуля накопления  $E'$  для обоих типов резины. Особенно сильно этот эффект проявляется для резины БНКС-18 — модуль накопления уже в результате первого испытания возрастает более, чем в четыре раза. Поскольку модуль  $E'$  описывает упругие свойства материала, этот результат означает значительное возрастание жесткости поверхностных слоев каучука БНКС-18 в результате износа.

Интересно отметить, что повреждение поверхности при износе по-разному влияет на величину модуля потерь  $E''$  для разных образцов резины — с износом поверхности величина  $E''$  поверхностного слоя уменьшается для СКИ-3, но увеличивается для БНКС-18 в исследованном диапазоне частот. В целом можно заключить, что вызванные износом повреждения, как малого, так и большого уровня, оказывают более сильное влияние на модули накопления и потерь образца из резины БНКС-18, чем на СКИ-3.

В табл. 3 представлены результаты расчета параметров ядер релаксации  $B_i$ ,  $T_i$  и ползучести  $k_i$ ,  $\mu_i$  (результаты шагов 5 и 6 алгоритма расчета, описанного в п.6, соответственно), а также мгновенного модуля упругости  $E_1^*$  и отношения времен запаздывания и релаксации  $\alpha$  (результаты шага 4) для образцов из резины СКИ-3 и БНКС-18 как для неповрежденной поверхности, так и для двух уровней ее изнашивания. Следует отметить, что для образцов резины БНКС-18 диапазон времен релаксации, рассчитанный по соотношению (6.3) для исследованных частот, оказался настолько узким, что решение системы (6.2) с положительными модулями  $E_i$  удалось получить только для спектра из  $N = 2$  времен релаксации.

Результаты, представленные в таблице 3 показывают возрастание мгновенного модуля упругости  $E_1^*$  в результате истирания, то есть изнашивание поверхности, как отмечалось выше, приводит к повышению жесткости приповерхностных слоев, что более выражено для резины БНКС-18.

При этом для обоих образцов наблюдается уменьшение параметра  $\alpha$ , характеризующего отношение времен запаздывания и релаксации, при изнашивании поверхности, т.е. релаксационные свойства приповерхностных слоев обоих исследуемых резин снижаются по мере их изнашивания, а значит снижаются и гистерезисные потери при деформировании. Может показаться, что этот вывод находится в противоречии с результатами, представленными на рис. 3б, которые показывают существенное возрастание модуля потерь  $E''$  для изношенной поверхности образца из резины БНКС-18. Однако модуль потерь зависит от модуля упругости материала, и его увеличение в результате изнашивания в случае резины БНКС-18 связано с увеличением жесткости ее поверхностных слоев. В то время как безразмерный параметр  $\alpha$  характеризует только релаксационные свойства материала, но не его жесткость.

Эффект снижения релаксационных свойств в поврежденных износом поверхностных слоях материала иллюстрируют и приведенные на рис. 5 графики ядер релаксации  $\Gamma(t)$  и ползучести  $K(t)$ , построенные по данным табл. 3.

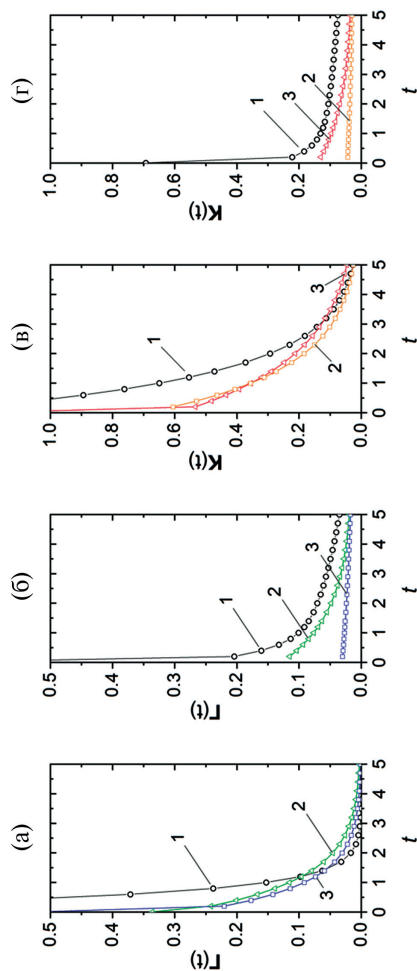
Результаты показывают “уплощение” функций  $\Gamma(t)$  и  $K(t)$  в исследованном диапазоне времени, что соответствует уменьшению вклада интегральных членов (отвечающих за релаксацию и ползучесть соответственно) в соотношениях (2.4) и (2.5).

Отметим, что относительная узость временного диапазона, в котором определены функции  $\Gamma(t)$  и  $K(t)$ , как и малое количество времен релаксации  $T_i$  в спектре, связаны с узостью диапазона исследованных частот, которая, в свою очередь, определяется возможностями экспериментальной установки. Для расширения диапазона частот в данном методе необходимо проводить испытания наноДМА при различных температурах, а потом использовать метод температурно-временной эквивалентности, с помощью которой температурная зависимость переводится в частотную [23]. Это будет предметом следующего исследования.

**8. Заключение.** Построено приближенное аналитическое решение контактной задачи о внедрении в вязкоупругое полупространство жесткого сферического индентора под действием нормальной нагрузки, изменяющейся во времени по гармоническому закону, в предположении, что глубина внедрения

Таблица 3. Результаты расчета упругих свойств для испытанных образцов резин

Вязкоупругие свойства приповерхностных слоев резины СКИ-3													
##	$S_{\text{тр}}=0$ км					$S_{\text{тр}}=4$ км					$S_{\text{тр}}=20$ км		
$i$	$T_p$ с	$B_i$	$\mu_i$ с	$k_i$	$E_i^*$ МПа	$\alpha$	$T_p$ с	$B_i$	$\mu_i$ с	$k_i$	$E_i^*$ МПа	$\alpha$	
1	4.40	0.11	9.24	0.13			23.97	0.03	45.62	0.03			
2	0.40	0.16	0.43	0.15	5.1	1.27	4.32	0.02	4.66	0.02	5.8	1.24	
3	0.001	2.27	0.01	2.27			2.51	65.02	3.00	65.0			
Вязкоупругие свойства приповерхностных слоев резины БНКС-18													
1	0.45	1.41	0.001	8.95			0.91	0.27	0.002	256			
2	0.001	8.99	1.25	1.44	3.9	1.82	0.001	257	1.51	0.69	16.2	1.63	
											17.8	1.58	

Рис. 5. Графики ядер релаксации  $\Gamma(t)$  и ползучести  $K(t)$ ,  $t[c]$  для БНКС-18 (а, в) и СКИ-3 (б, г), где 1 — неизношенная поверхность резины, 2 —  $S_{тр} = 4$  км и 3 —  $S_{тр} = 20$  км.



индентора в полупространство осциллирует с той же частотой. Получено решение обратной задачи, позволяющее по заданным параметрам гармонического нагружения и отклика по внедрению рассчитывать механические характеристики материала (параметры ядер релаксации и ползучести, представленных суммой экспоненциальных членов, мгновенный и длительный модули упругости, отношение времен запаздывания и релаксации).

Разработана экспериментальная методика наноДМА испытаний, позволяющая проводить динамическое индентирование поверхности резиновых образцов сферическим индентором под действием нормальной нагрузки, осциллирующей с заданным средним значением, амплитудой и частотой. При этом регистрируется среднее внедрение индентора в образец, амплитуда колебаний внедрения и сдвиг фазы этих колебаний по отношению к колебаниям нагрузки. Средняя глубина внедрения в приповерхностный слой резины составляет 20–30 мкм, а прикладываемая осциллирующая нагрузка равна 10 гр, что соответствует проникновению в материал на характерную глубину, на которой происходит его деформирование поверхностными выступами шероховатого контртела при трении.

На основе построенного теоретического решения и предложенной экспериментальной методики, разработан метод определения вязкоупругих параметров испытуемого высокоэластичного материала. Расчетная часть метода позволяет определить не только функции релаксации и ползучести материала во временном интервале, соответствующем диапазону исследованных частот, но и рассчитать динамические характеристики материала, а именно, модули накопления  $E'$  и потерь  $E''$ .

Разработанный теоретико-экспериментальный метод применен для исследования изменения механических свойств поверхностных слоев резин в результате износа их поверхности. С этой целью, по схеме контакта резинового кольца – стальной диск проведены трибологические испытания по изнашиванию двух типов морозостойких резин на основе бутадиен-нитрильного (БНКС-18) и изопренового (СКИ-3) каучуков в диапазоне скоростей скольжения от 0.1 до 100 мм/с при постоянном номинальном давлении 0.4 МПа и комнатной температуре +23 °С. Получены образцы с разной степенью повреждения в их приповерхностных слоях. Проведены серии наноДМА испытаний на образцах резины до и после их трибологических испытаний в диапазоне частот индентирования от 0.1 до 30 Гц. Проведен расчет механических характеристик исследованных образцов.

Установлено, что вызванное изнашиванием повреждение поверхностей исследованных образцов приводит к увеличению жесткости поверхностных слоев и снижению их релаксационных свойств. При этом изменения в поверхностном слое резины на основе изопренового каучука менее выражены, чем для резины на основе бутадиен-нитрильного каучука.

Предложенный теоретико-экспериментальный метод может быть использован для определения вязкоупругих свойств материала, служащих входными параметрами при моделировании трения резин. Кроме того, полученные численные результаты позволяют оценить степень деградации реологических свойств поверхностей, поврежденных износом, что является важным для уплотняющих материалов, работающих с трением.



Работа выполнена при поддержке гранта № 23-19-00484 “Теоретико-экспериментальное исследование механических и трибологических свойств новых слоистых материалов на основе морозостойких резин”.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Ферри Дж.* Вязкоупругие свойства полимеров. Пер. с англ. М.: Изд-во иностр. лит., 1963. 536 с.
2. *Горячева И.Г., Маховская Ю.Ю., Морозов А.В., Степанов Ф.И.* Трение эластомеров. Моделирование и эксперимент. М.-Ижевск: Институт компьютерных исследований, 2017. 204 с.
3. *Oliver W.C., Pharr G.M.* An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // *J. Mater. Res.* 1992. V. 7. № 6. P. 1564–1583.  
<https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1564>
4. *Asif S.A.S., Wahl K.J., Colton R.J.* Nanoindentation and contact stiffness measurement using force modulation with a capacitive load-displacement transducer // *Rev. Sci. Instrum.* 1999. V. 70. № 5. P. 2408–2413.  
<https://doi.org/10.1063/1.1149769>
5. *Herbert E.G., Oliver W.C., Pharr G.M.* Nanoindentation and the dynamic characterization of viscoelastic solids // *J. Phys. D Appl. Phys.* 2008. V. 41. № 7. P. 074021.  
<https://doi.org/10.1088/0022-3727/41/7/074021>
6. *Pharr G.M., Oliver W.C., Brotzen F.R.* On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation // *J. Mater. Res.* 1992. V. 7. № 3. P. 613–617.  
<https://doi.org/10.1557/JMR.1992.0613>
7. *Igarashi T. et al.* Nanorheological mapping of rubbers by atomic force microscopy // *Macromolecules.* 2013. V. 46. № 5. P. 1916–1922.  
<https://doi.org/10.1021/ma302616a>
8. *Pittenger B. et al.* Nanoscale DMA with the atomic force microscope: a new method for measuring viscoelastic properties of nanostructured polymer materials // *JOM.* 2019. V. 71. № 10. P. 3390–3398.  
<https://doi.org/10.1007/s11837-019-03698-z>
9. *Huang G., Wang B., Lu H.* Measurements of viscoelastic functions of polymers in the frequency-domain using nanoindentation // *Mech. Time-Depend Mater.* 2004. V. 8. № 4. P. 345–364.  
<https://doi.org/10.1007/s11043-004-0440-7>
10. *Cheng Y.-T., Ni W., Cheng C.-M.* Nonlinear analysis of oscillatory indentation in elastic and viscoelastic solids // *Phys. Rev. Lett.* 2006. V. 97. № 7. P. 075506.  
<https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.97.075506>
11. *Nikfarjam M. et al.* Imaging of viscoelastic soft matter with small indentation using higher eigenmodes in single-eigenmode amplitude-modulation atomic force microscopy // *Beilstein J. Nanotechnology.* 2018. V. 9. P. 1116–1122.  
<https://doi.org/10.3762/bjnano.9.103>
12. *Greenwood J.A.* Contact between an axisymmetric indenter and a viscoelastic half-space // *Int. J. Mech. Sci.* 2010. V. 52. № 6. P. 829–835.  
<https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2010.01.010>

13. *Wayne Chen W. et al.* Semi-analytical viscoelastic contact modeling of polymer-based materials // *J. Tribol.* 2011. V. 133. № 4. 041404.  
<https://doi.org/10.1115/1.4004928>
14. *Работнов Ю.Н.* Ползучесть элементов конструкций. М.: Наука, 1966. 752 с.
15. *Джонсон К.* Механика контактного взаимодействия. М.: Мир, 1989. 510 с.
16. *Кристensen Р.* Введение в теорию вязкоупругости. Пер. с англ. М.И. Рейтмана / Под ред. Г.С. Шапира. М.: Мир, 1974. 338 с.
17. *Снеддон И.* Преобразование Фурье. М.: Иностран. лит., 1955. 668 с.
18. *Haiat G., Phan Huy M.C., Barthel E.* The adhesive contact of viscoelastic spheres // *J. Mech. Phys. Solids.* 2003. V. 51. № 1. P. 69–99.  
[https://doi.org/10.1016/S0022-5096\(02\)00059-5](https://doi.org/10.1016/S0022-5096(02)00059-5)
19. *Argatov I.I., Popov V.L.* Rebound indentation problem for a viscoelastic half-space and axisymmetric indenter — Solution by the method of dimensionality reduction // *ZAMM — Journal of Applied Mathematics and Mechanics / Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik.* 2016. V. 96. № 8. P. 956–967.  
<https://doi.org/10.1002/zamm.201500144>
20. *Morozov A.V., Bukovskiy P.O.* Method of constructing a 3D friction map for a rubber tire tread sliding over a rough surface // *J. Frict. Wear.* 2018. V. 39. № 2. P. 129–136.  
<https://doi.org/10.3103/S1068366618020113>
21. *Morozov A.V., Makhovskaya Y.Y., Kravchuk K.S.* Influence of adhesive properties and surface texture of laminated plywood on rubber friction // *J. Frict. Wear.* 2021. V. 42. № 4. P. 281–289.  
<https://doi.org/10.3103/S1068366621040085>
22. *Baumgaertel M., Winter H.H.* Determination of discrete relaxation and retardation time spectra from dynamic mechanical data // *Rheol. Acta.* 1989. V. 28. № 6. P. 511–519.  
<https://doi.org/10.1007/BF01332922>
23. *Grosch K.A.* The relation between the friction and visco-elastic properties of rubber // *Proc. R. Soc. Lond. A Math. Phys. Sci.* 1963. V. 274. № 1356. P. 21–39.  
<https://doi.org/10.1098/rspa.1963.0112>

## A METHOD OF VISCOELASTIC PROPERTIES IDENTIFICATION FOR SURFACE LAYERS OF ELASTOMERS BASED ON NANODYNAMIC INDENTATION

**Yu. Yu. Makhovskaya<sup>a,\*</sup>, A. V. Morozov<sup>a,\*\*</sup>, K. S. Kravchuk<sup>b,\*\*\*</sup>**

<sup>a</sup>*Ishlinsky Institute for Problems in Mechanics of RAS, Moscow, Russia*

<sup>b</sup>*NRC “KURCHATOV INSTITUTE” – TISNCM, Moscow, Troitsk, Russia*

<sup>\*</sup>*E-mail: makhovskaya@mail.ru, <sup>\*\*</sup>e-mail: morozovalexei@mail.ru,*

<sup>\*\*\*</sup>*e-mail: kskrav@gmail.com*

**Abstract** – A theoretical and experimental method is proposed for identification of mechanical properties of the surface layers of highly elastic materials by the results of their dynamic indentation for small depths (nanoDMA). The method is based on an approximate solution of the contact problem for a rigid ball in

contact with a deformable specimen, the contact being loaded by an oscillating normal force. The specimen is modeled by a linear viscoelastic half-space with the relaxation kernel presented as a sum of exponential terms. The method allows one to determine sets of parameters defining the relaxation and creep functions of a material in a time interval corresponding to the experimental range of frequencies, as well as to calculate the dynamic storage and loss moduli for each frequency. The application of the method is shown by an example of the analysis of the mechanical properties of surface layers for two types of frost-resistant rubber (butadiene-nitrile and isoprene) depending on the degree of wear of their surfaces. It is established that the wear of surfaces of the rubbers under investigation leads to an increase of the surface layers stiffness and to a decrease in their relaxation properties; these changes are more pronounced for rubber based on nitrile butadiene than for that based on isoprene.

*Keywords:* nanoDMA, rubber, cyclic indentation, relaxation spectrum, exponential relaxation kernel, exponential creep kernel, viscoelasticity

## REFERENCES

1. *Ferry J.D.* Viscoelastic Properties of Polymers. NY: Wiley, 1961. 482 p.
2. *Goryacheva I.G., Makhovskaya Yu.Yu., Morozov A.V., Stepanov F.I.* Friction of Elastomers. Modeling and Experiment (Institute for Computer Science, Moscow-Izhevsk, 2017) [in Russian].
3. *Oliver W.C., Pharr G.M.* An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // *J Mater Res.* 1992. V. 7. № 6. P. 1564–1583.
4. *Asif S.A.S., Wahl K.J., Colton R.J.* Nanoindentation and contact stiffness measurement using force modulation with a capacitive load-displacement transducer // *Review of Scientific Instruments.* 1999. V. 70. № 5. P. 2408–2413.
5. *Herbert E.G., Oliver W.C., Pharr G.M.* Nanoindentation and the dynamic characterization of viscoelastic solids // *J Phys D Appl Phys.* 2008. V. 41. № 7. P. 074021.
6. *Pharr G.M., Oliver W.C., Brotzen F.R.* On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation // *J Mater Res.* 1992. Vol. 7. № 3. P. 613–617.
7. *Igarashi T. et al.* Nanorheological Mapping of Rubbers by Atomic Force Microscopy // *Macromolecules.* 2013. V. 46. № 5. P. 1916–1922.
8. *Pittenger B. et al.* Nanoscale DMA with the Atomic Force Microscope: A New Method for Measuring Viscoelastic Properties of Nanostructured Polymer Materials // *JOM.* 2019. V. 71. № 10. P. 3390–3398.
9. *Huang G., Wang B., Lu H.* Measurements of Viscoelastic Functions of Polymers in the Frequency-Domain Using Nanoindentation // *Mech Time Depend Mater.* 2004. V. 8. № 4. P. 345–364.
10. *Cheng Y.-T., Ni W., Cheng C.-M.* Nonlinear Analysis of Oscillatory Indentation in Elastic and Viscoelastic Solids // *Phys Rev Lett.* 2006. V. 97. № 7. P. 075506.

11. *Nikfarjam M. et al.* Imaging of viscoelastic soft matter with small indentation using higher eigenmodes in single-eigenmode amplitude-modulation atomic force microscopy // *Beilstein Journal of Nanotechnology*. 2018. V. 9. P. 1116–1122.
12. *Greenwood J.A.* Contact between an axisymmetric indenter and a viscoelastic half-space // *Int J Mech Sci*. 2010. V. 52. № 6. P. 829–835.
13. *Wayne Chen W. et al.* Semi-Analytical Viscoelastic Contact Modeling of Polymer-Based Materials // *J Tribol*. 2011. V. 133. № 4.
14. *Rabotnov Yu.N.* Creep of Structural Elements. Moscow: Nauka, 1966. 752 p. [in Russian].
15. *Johnson K.L.* Contact Mechanics. Cambridge: Cambridge University Press, 1985.
16. *Christensen R.M.* Theory of Viscoelasticity. An Introduction New York: Acad. Press, 1971.
17. *Sneddon I.* Fourier Transforms, New York: McGraw Hill, 1951.
18. *Haiat G., Phan Huy M.C., Barthel E.* The adhesive contact of viscoelastic spheres // *J. Mech Phys Solids*. 2003. V. 51. № 1. P. 69–99.
19. *Argatov I.I., Popov V.L.* Rebound indentation problem for a viscoelastic half-space and axisymmetric indenter — Solution by the method of dimensionality reduction // *ZAMM – Journal of Applied Mathematics and Mechanics / Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik*. 2016. V. 96. № 8. P. 956–967.
20. *Morozov A.V., Bukovskiy P.O.* Method of Constructing a 3D Friction Map for a Rubber Tire Tread Sliding Over a Rough Surface // *Journal of Friction and Wear*. 2018. V. 39. № 2.
21. *Morozov A.V., Makhovskaya Y.Y., Kravchuk K.S.* Influence of Adhesive Properties and Surface Texture of Laminated Plywood on Rubber Friction // *Journal of Friction and Wear*. 2021. V. 42. № 4.
22. *Baumgaertel M., Winter H.H.* Determination of discrete relaxation and retardation time spectra from dynamic mechanical data // *Rheol Acta*. 1989. V. 28. № 6. P. 511–519.
23. *Grosch K.A.* The relation between the friction and visco-elastic properties of rubber // *Proc R Soc Lond A Math Phys Sci*. 1963. V. 274. № 1356. P. 21–39.